

## AMENDMENT

(Amendment by article 11)

Commissioner: Mr. Yasuo IMAI

(Examiner: Masanori Suzuki)

1. Int. Application PCT/JP03/07929

## 2. Applicant

Name	Japan Science and Technology Agent
Post Office Address	1-8, Hon-cho 4-Chome, Kawaguchi-shi, Saitama, 332-0012 Japan
Nationality	Japan
Residence	Japan

## 3. Attorney

Name	11016 MIYAMOTO Harumi
Post Office Address	Hogaku Building 7F, 19-14, Toranomon 1-chome, Minato-ku, Tokyo, 105-0111 Japan

## 4. Amendment

Specification and claims

## 5. Detail of the Amendment

(1) 7<sup>th</sup> line of page 3 (corresponding to lines 30 and 31 of page 2 of English Translation) "Analysis Society, presented at 20<sup>th</sup> Solid-Surface chemical forum) "is amended to "Analysis Society, p129, presented at 20<sup>th</sup> Solid-Surface chemical forum, p133) " and from 24<sup>th</sup> line to 25<sup>th</sup> line of page 3 (corresponding to 25<sup>th</sup> line of English Translation) "it very important" is amended to "it is very important".

(2) 13<sup>th</sup> line of page 4 (corresponding to lines 33 and 34 of page 3 of English Translation) "During the investigation to accomplish the method to dissolve said subject" is amended to "During the investigation to accomplish the method to dissolve said subject". (This amendment is to correct spelling error of Japanese.)

(3) Lines 4 to 22 of page 5 (corresponding from 19<sup>th</sup> line of page 4 to 4<sup>th</sup> line of page 5) "The present invention is (1) a method to fix metal fine particles on surface of a substrate by desired fine structure corresponding to irradiation of low power and/or low density electromagnetic wave comprising;

releasing a part of a dispersion stabilizer locating on the surface of metal fine particles by irradiating high energy electromagnetic wave and/or high energy density electromagnetic wave to a colloidal dispersion of metal fine particles prepared from a solution containing a compound which does not have bonding ability to the dispersing agent and/or metal fine particles with the dispersing agent and/or compound by substituting a part of the dispersing stabilizer, wherein, said dispersing agent is released by irradiation of lower energy electromagnetic wave and/or lower energy density electromagnetic wave from the surface of metal fine particles stabilized by the dispersion stabilizer, which can be released by irradiation of the high energy electromagnetic wave and/or high energy density electromagnetic wave, and

a process to irradiate said high energy electromagnetic wave and/or high energy density electromagnetic wave which generate metal fine particles which are activated so as to cause flocculation of 2-100 times larger particle size to the metal fine particles stabilized by said dispersion stabilizer, and irradiating lower energy electromagnetic wave and/or lower energy density electromagnetic wave to said metal fine particles dispersion whose photo sensitivity is improved by activation." is amended to "The present invention is (1) a method to fix metal fine particles on surface of a substrate by desired fine structure corresponding to an irradiation of lower power and/or lower density electromagnetic wave comprising;

(a) adding metal fine particles stabilized by a dispersion stabilizer, which can be released by irradiation of high energy electromagnetic wave and/or high energy density electromagnetic wave, to a solution containing a dispersing agent which can be released by irradiation of lower energy electromagnetic wave and/or lower energy density electromagnetic wave and/or a compound which does not have bonding ability to the metal fine particles to prepare a colloidal dispersion of metal fine particles which are a part of the dispersion stabilizer being substituted with the dispersing agent and/or the compound,

(b) irradiating high energy electromagnetic wave and/or high energy density electromagnetic wave to said prepared colloidal dispersion to release a part of the dispersion stabilizer locating on the surface of metal fine particles and generate a dispersion of metal fine particles which is activated so as to cause flocculation of 2-100 times larger to the original particle size and to

improve photo sensitivity of the metal fine particles stabilized by said dispersion stabilizer, and (c) irradiating lower energy electromagnetic wave and/or lower energy density electromagnetic wave to said metal fine particles dispersion whose photo sensitivity is improved by activation.”.

(4) 10<sup>th</sup> line of page 6 (corresponding 21<sup>st</sup> and 22<sup>nd</sup> line of page 5) “solvent affinity part is small and/or a compound which causes the release by absorbing said electromagnetic wave” is amended to “solvent affinity part is small and/or a compound which causes the release by absorbing said electromagnetic wave”. (This amendment is to correct spelling error of Japanese.)

(5) 3<sup>rd</sup> and 6<sup>th</sup> line of page 7 (corresponding to 2<sup>nd</sup> and 5<sup>th</sup> line of page 6) “pre” is amended to “said”.

(6) 17<sup>th</sup> line of page 9 (corresponding to lines 35 and 36 of page 7) “by by lower energy electromagnetic” is amended to “by lower energy electromagnetic”.

(7) 22<sup>nd</sup> line of page 10 (corresponding to 36<sup>th</sup> line of page 8) “The part to which particles are fixed can be patterned” is amended to “The particles are fixed can be patterned”.

(8) 16<sup>th</sup> line of page 12 (corresponding to 11<sup>th</sup> line of page 10) add “Said substrate” before “Soaked into”.

(9) Claim 1 is amended to 1. A method to fix metal fine particles on surface of a substrate by desired fine structure corresponding to an irradiation of lower power and/or lower density electromagnetic wave comprising;

(a) adding metal fine particles stabilized by a dispersion stabilizer, which can be released by irradiation of high energy electromagnetic wave and/or high energy density electromagnetic wave, to a solution containing a dispersing agent which can be released by irradiation of lower energy electromagnetic wave and/or lower energy density electromagnetic wave and/or a compound which does not have bonding ability to the metal fine particles to prepare a colloidal dispersion of metal fine particles which are a part of the dispersion stabilizer being substituted with the dispersing agent and/or the compound,

(b) irradiating high energy electromagnetic wave and/or high energy density electromagnetic wave to said prepared colloidal dispersion to release a part of the dispersion stabilizer locating on the surface of metal fine particles

release a part of the dispersion stabilizer locating on the surface of metal fine particles and generate a dispersion of metal fine particles which is activated so as to cause flocculation of 2-100 times larger to the original particle size and to improve photo sensitivity of the metal fine particles stabilized by said dispersion stabilizer, and (c) irradiating lower energy electromagnetic wave and/or lower energy density electromagnetic wave to said metal fine particles dispersion whose photo sensitivity is improved by activation.

6. A list of the added documents

1. Page 3 of the specification (page 2 of the English translation)
2. Page 4 of the specification (page 3 of the English translation)
3. Page 5 of the specification (pages 4 and 5 of the English translation)
4. Page 6 of the specification (page 5 of the English translation)
5. Page 7 of the specification (pages 6 of the English translation)
6. Page 9 of the specification (page 7 of the English translation)
7. Page 10 of the claims (page 8 and 9 of the English translation)
8. Page 12 of the claims (page 10 of the English translation)
9. Claim 1 (page 15) (page 12 of the English translation)



控

## 手 続 補 正 書

(法第11条の規定による補正)

特許庁長官 今井 康夫 殿

(特許庁審査官 鈴木 正紀 殿)

1. 国際出願の表示 PCT/JPO3/07929

### 2. 出 願 人

名 称 独立行政法人科学技術振興機構

Japan Science and Technology Agency

あて名 〒332-0012 日本国埼玉県川口市本町四丁目1番8号

1-8, Hon-cho 4-chome, Kawaguchi-shi, Saitama

332-0012 Japan

国 種 日本国 J a p a n

住 所 日本国 J a p a n

### 3. 代 理 人

氏 名 11016 弁理士 宮本 晴視

MITAMOTO Harumi

あて名 〒105-0001 日本国東京都港区虎ノ門一丁目19番14号

邦楽ビル7階

Hougaku Bldg. 7F, 19-14, Toranomon 1-chome,  
Minato-ku, Tokyo 105-0001, JAPAN

### 4. 補正の対象

明細書及び請求の範囲

### 5. 補正の内容

(1), 明細書第3頁第7行の記載「年会、第20回固体・表面光化学討論会、講演発表。」。」  
を「年会、p129、第20回固体・表面光化学討論会、講演発表、p133。」と、同頁第2  
4行から第25行の「重要である。」を「重要である。」と補正する。

(2), 明細書第4頁第13行の記載「そこで、前記課題を解決方法を検討する中で、前記  
本発明者らが」を「そこで、前記課題の解決方法を検討する中で、前記本発明者らが」と

(3), 明細書第5頁第4行~22行の記載

「発明の開示

本発明は、(1)高エネルギーの電磁波および/または高エネルギー密度の電磁波の照射により脱離する分散安定剤で安定化した金属微粒子を、より低いエネルギーの電磁波および/またはより低いエネルギー密度の電磁波の照射により前記金属微粒子表面から脱離する分散剤および/または金属微粒子に対する結合性を有しない化合物を含有する溶液から前記分散安定剤の一部を前記分散剤および/または化合物で置換して調製した金属微粒子のコロイド溶液に、前記高エネルギーの電磁波および/または高エネルギー密度の電磁波を照射することにより金属微粒子表面の前記分散安定剤の一部を脱離させ、かつ前記分散安定剤で安定化した金属微粒子の粒径の2~100倍程度の凝集を起こさせる程に活性化され光感度を上げた金属微粒子分散液を生成させる前記高エネルギーの電磁波および/または高エネルギー密度の電磁波を照射する工程、前記活性化して光感度を上げた金属微粒子分散液に前記より低いエネルギーの電磁波および/またはより低いエネルギー密度の電磁波を照射して、基体表面に前記より低いエネルギーの電磁波および/またはより低いエネルギー密度の電磁波の照射に対応する所望の微細構造に前記金属微粒子を固定する方法である。」を

「発明の開示

本発明は、(1)高エネルギーの電磁波および/または高エネルギー密度の電磁波の照射により脱離する分散安定剤で安定化した金属微粒子を、より低いエネルギーの電磁波および/またはより低いエネルギー密度の電磁波の照射により前記金属微粒子表面から脱離する分散剤および/または金属微粒子に対する結合性を有しない化合物を含有する溶液に加え、前記分散安定剤の一部を前記分散剤および/または化合物で置換した金属微粒子のコロイド溶液を調製を調製し、前記調製したコロイド溶液に前記高エネルギーの電磁波および/または高エネルギー密度の電磁波を照射することにより金属微粒子表面の前記分散安定剤の一部を脱離させ、かつ前記分散安定剤で安定化した金属微粒子の粒径を元の粒径の2~100倍程度の凝集を起こさせる程に活性化され光感度を上げた金属微粒子分散液を生成させる工程、前記活性化して光感度を上げた金属微粒子分散液に前記より低いエネルギーの電磁波および/またはより低いエネルギー密度の電磁波を照射して、基体表面に前記より低いエネルギーの電磁波および/またはより低いエネルギー密度の電磁波の照射に

対応する所望の微細構造に前記金属微粒子を固定する方法である。」と補正する。

(4) 明細書第6頁第10行の記載「が溶媒親和性部分が小さいおよび／または前記電磁波を吸収して」を「が溶媒親和性部分の小さいおよび／または前記電磁波を吸収して」と補正する。

(5) 明細書第7頁第3行、及び6行の「前期」を「前記」と補正する。

(6) 明細書第9頁第17行「電磁波にに」を「電磁波に」と補正する。

(7) 明細書第10頁22行「粒子が固定される部分をパターン化できる。」を「粒子が固定され、パターン化できる。」と補正する。

(8) 明細書第12頁16行の「ガラスセル」の前に「前記基板を」を挿入する。

(9) 請求の範囲1を「1. (補正後) 高エネルギーの電磁波および／または高エネルギー密度の電磁波の照射により脱離する分散安定剤で安定化した金属微粒子を、より低いエネルギーの電磁波および／またはより低いエネルギー密度の電磁波の照射により前記金属微粒子表面から脱離する分散剤および／または金属微粒子に対する結合性を有しない化合物を含有する溶液中に加え、前記分散安定剤の一部を前記分散剤および／または化合物で置換した金属微粒子のコロイド溶液を調製し、前記調製したコロイド溶液に前記高エネルギーの電磁波および／または高エネルギー密度の電磁波を照射することにより、金属微粒子表面の前記分散安定剤の一部を脱離させ、かつ前記分散安定剤で安定化した金属微粒子の粒径を元の粒径の2～100倍程度の凝集を起こさせる程に活性化され光感度を上げた金属微粒子分散液を生成させる前記高エネルギーの電磁波および／または高エネルギー密度の電磁波を照射する工程、前記活性化して光感度を上げた金属微粒子分散液に前記より低いエネルギーの電磁波および／またはより低いエネルギー密度の電磁波を照射して、基体表面に前記低いエネルギーの電磁波および／またはより低いエネルギー密度の電磁波の照射に対応する所望の微細構造に前記金属微粒子を固定する方法。」と補正する。

## 6. 添付した書類の目録

1, 明細書第3頁の新たな用紙	1通
2, 明細書第4頁の新たな用紙	1通
3, 明細書第5頁の新たな用紙	1通
4, 明細書第6頁の新たな用紙	1通
5, 明細書第7頁の新たな用紙	1通

6, 明細書第9頁の新たな用紙	1通
7, 明細書第10頁の新たな用紙	1通
8, 明細書第12頁の新たな用紙	1通
9, 請求の範囲の新たな用紙（第15頁）	1通

液の光反応性について検討し、10%をSH( $C_6H_{12}$ )SHで置換した場合、光反応性の高い金属微粒子分散液が得られることが分かったことを報告している〔第38回 化学関連支部合同九州大会 講演予稿集；演題1.46 パルスレーザー照射による表面修飾金ナノ粒子の固定化(1)：ジチオール修飾の効果(2001年7月19日、)文献1、2001年光化学討論会、日本分析化学会第50年会、p129、第20回固体・表面光化学討論会、講演発表、p133。〕。

また、前記微粒子金属による共鳴ラマンセンサーとしての機能性の向上を利用する測定技術への応用などを示唆してきた。また、前記金属は、適当な化学構造の末端のチオール基、アミノ基、シリル基、またはシアノ基と非共有結合的または共有結合的に結合するので、前記基を持つ化合物を自己組織化する機能を持つことが知られている。

前記自己組織化する化合物の特徴は、前記金属に結合する、チオール基、アミノ基、シリル基、またはシアノ基を末端に有し、かつ分子が単分子膜に近い構造で配列する分子間力が働く化学構造、例えば長鎖のアルキル構造など親油性の化学構造を有している。更に前記化学構造の他に適当な化学構造を認識する官能基、例えば抗原-抗体の関係の基を持たせることにより、前記関係を利用したセンサーとして利用できる。また前記配列をエネルギー集約可能な構造にすることにより、前記化合物が発する信号の増強機能を発現する前記金属微粒子群の微細構造系を構築できる。

そのためには、前記機能を有効に利用できるように前記金属微粒子の微細構造を適当な基体表面に固定できる手段の確立が重要である。

前記本発明者らが提案した金属微粒子のコロイド溶液から電磁波の照射により基体表面上に前記金属微粒子からの金属微粒子を凝集、固定する方法では、比較的高エネルギーの電磁波の照射が必要であり、そのような高エネルギーの照射は、基体を損傷したり、フォトマスクなど介して照射する場合には、前記フォトマスクを損傷するなどの問題が存在する。従って、前記問題を排除した、前記のような広い産業分野での利用が期待できる基体表面への金属微粒子の固定方法の技術の確立が期待される。

本発明の課題は、前記基体の損傷、フォトマスクの損傷といった不都合を取り除いた新規な基体表面への金属微粒子の固定方法、特にフォトマスクなどを利用した比較的簡易な方法により基体表面へ金属微粒子を微細構造に固定する方法を提供することである。

そこで、前記課題の解決方法を検討する中で、前記本発明者らが研究発表した金属微粒子のコロイド分散液を調整する際に用いられた分散安定剤であるn-デシルチオールの10%を比較的分散安定性の小さい1,6-ヘキサンジチオールのような、比較的小さなエネルギーで金属微粒子の凝集、固定を誘起できる化合物で置換することにより、光反応性が改善されたことを考慮して、比較的小さなエネルギーで金属微粒子の凝集、固定を誘起できる金属微粒子のコロイド分散液系を構築できないか鋭意検討した。

その中で、分散安定剤により被覆処理した金属微粒子を1,6-ヘキサンジチオールのような、比較的小さなエネルギーで金属微粒子の凝集、固定を誘起できる化合物を添加した有機溶媒に分散して調製した金属微粒子のコロイド分散液系に比較的高強度および/または高密度の電磁波を照射処理することにより、比較的小さなエ

エネルギーで金属微粒子の凝集、固定ができるることを発見し、前記課題を解決した基体表面へ金属微粒子を微細構造に固定する方法を確立することができた。

### 発明の開示

本発明は、(1)高エネルギーの電磁波および／または高エネルギー密度の電磁波の照射により脱離する分散安定剤で安定化した金属微粒子を、より低いエネルギーの電磁波および／またはより低いエネルギー密度の電磁波の照射により前記金属微粒子表面から脱離する分散剤および／または金属微粒子に対する結合性を有しない化合物を含有する溶液に加え、前記分散安定剤の一部を前記分散剤および／または化合物で置換した金属微粒子のコロイド溶液を調製を調製し、前記調製したコロイド溶液に前記高エネルギーの電磁波および／または高エネルギー密度の電磁波を照射することにより金属微粒子表面の前記分散安定剤の一部を脱離させ、かつ前記分散安定剤で安定化した金属微粒子の粒径を元の粒径の2～100倍程度の凝集を起こさせる程に活性化され光感度を上げた金属微粒子分散液を生成させる工程、前記活性化して光感度を上げた金属微粒子分散液に前記より低いエネルギーの電磁波および／またはより低いエネルギー密度の電磁波を照射して、基体表面に前記より低いエネルギーの電磁波および／またはより低いエネルギー密度の電磁波の照射に対応する所望の微細構造に前記金属微粒子を固定する方法である。

好ましくは、(2)前記金属微粒子の分散安定剤が金属微粒子と親和性の高い置換基としてチオール基、アミノ基、シリル基、また

はシアノ基を有する化合物、例えば、炭素数10以上の直鎖のアルキル基と結合している化合物である前記(1)の基体表面に所望の微細構造に前記金属微粒子を固定する方法であり、より好ましくは、(3)分散安定剤が金属化合物を化学還元して金属コロイド溶液を製造する際に用いられるものである前記(2)の基体表面に所望の微細構造に前記金属微粒子を固定する方法である。

また、好ましくは、(4)金属微粒子の分散安定剤より低いエネルギーの電磁波の照射により前記金属微粒子表面から脱離する分散剤および／または金属微粒子に対する結合性を有しない化合物が溶媒親和性部分の小さいおよび／または前記電磁波を吸収して脱離を誘起する化合物である前記(1)、(2)または(3)の基体表面に所望の微細構造に前記金属微粒子を固定する方法である。一層好ましくは、(5)分散安定剤で安定化した金属微粒子の粒径が1nm～100nmである前記(1)、(2)、(3)または(4)の基体表面に所望の微細構造に前記金属微粒子を固定する方法であり、より一層好ましくは、(6)分散安定剤で安定化した金属微粒子の粒径が2nm～30nmである前記(5)の基体表面に所望の微細構造に前記金属微粒子を固定する方法である。

好ましくは、(7)分散溶媒が脂環式炭化水素、直鎖脂肪族炭化水素および芳香族炭化水素からなる群から選択される少なくとも一種からなる有機溶媒である前記(1)、(2)、(3)、(4)、(5)または(6)の基体表面に所望の微細構造に前記金属微粒子を固定する方法である。

第1図は、本発明の2段階照射による金属ナノ粒子固定化の原理を説明するものであり、(a)は、高強度光源HLSから高強度パルス光(前記レーザーの2倍波(532nm)、10Hz、33mJ/パルス)の照射による溶液中粒子の活性化工程(AS)、および(b)弱強度光源LLSを用いてマスクMSを介してパターン化した光(前記レーザーの7mJ/パルス)を照射して固定化(FS)する工程により、(c)マイクロアレイ化した金属ナノ粒子固定パターン(MI)が形成される。

第2図は、DTAu(△、コロイド溶液1)とHDAu(○、コロイド溶液2)の固定量の違いを示す。同じ照射エネルギーであれば、DTAu(○)の方が多くの金が固定されることが分かった。そのことは、コロイド溶液2のジチオール置換した金ナノ粒子の低強度レーザー照射時間(分)と金ナノ粒子固定量の関係から明らかである。

第3図は、固定された金ナノ粒子のSEM像(33mJ/パルス)によって固定化された金ナノ粒子のパターンを観察した顕微鏡写真である。

第4図は、本発明の技術の2段照射(33mJ/パルス、7mJ/パルス)によって固定化された金ナノ粒子のパターンの特性を示す。

#### 発明を実施するための最良の形態

本発明をより詳細に説明する。

##### A. 金属微粒子の調製；

本発明の金属微粒子を固定する方法で使用する金属微粒子の溶液

ンなどの有機溶媒、特に低極性溶媒中に安定に分散可能である。

上記方法で調製された金微粒子の場合には、分散安定剤であるドデカンチオールと少量の低いエネルギーの電磁波の照射により前記金属微粒子表面から脱離する前記分散安定剤程の分散性および／または金属微粒子に対する結合性を有しない化合物を同時に含有する分散液に分散し、前記調整後の微粒子表面に吸着しているドデカンチオールの一部を前記化合物で置換できるようとする。前記置換する化合物が 1, 6-ヘキサンジチオールやシクロヘキサンチオールの場合には、ドデカンチオールの 5 % 程度の置換では分散安定性はほとんど損なわれない。他の前記化合物としては、金属ナノ粒子の光反応性を向上させる各種色素のように自身が光を吸収する化合物、特に色素自身の光反応性によって粒子表面から効率よく脱離する色素を置換しておくことが有効である。しかし、上記のジチオール化合物やシクロヘキサンチオールのように、照射した光（電磁波）を吸収しない化合物でも、金属微粒子の溶液中の分散安定性を著しく低下させる、例えば約 10 % の置換によって、低いエネルギーの電磁波および／または低いエネルギー密度の電磁波による固定化の効率を大幅に向上させることもできる。

#### B. 活性化；

前記金属微粒子の分散系に比較的高強度エネルギーの電磁波を照射することにより金属微粒子表面の分散安定剤の一部を脱離させ、分散系中の金属微粒子の凝集性を向上させる。例えば、Nd-YAG レーザーの 2 倍波を照射する場合は 20 mJ／パルス～60 mJ／パルスの照射光強度で 10 秒～3 分程度の照射を行うことが好ましい。過剰の照射光強度と照射時間は溶液の凝集・沈澱を引き

起こし、低すぎる照射光強度では粒子の活性化を行えない。また、活性化のための光（電磁波）照射は固定化を行う際に光を照射する方向とは別の方向から行なうことが好ましい。基材近傍の粒子のみを活性化することで溶液中の粒子の凝集・沈殿を抑制することにより基材への固定化効率を格段に向上させることができる。

C. 粒径制御；

高強度の電磁波を照射された粒子は保護剤の脱離によって凝集し、さらに吸収した電磁波のエネルギーによって融解し粒子サイズの成長が起こる。照射する電磁波の波長やエネルギー、および微粒子表面の前記分散安定剤と前記化合物の種類と置換分率によって固定される粒子の粒径を制御することができる。

D. 固定化；

前記比較的高強度の光照射により活性化された金属微粒子は比較的低強度の電磁波照射によって容易に凝集、固定するに至る。例えば、Nd-YAGレーザーの2倍波(532nm)ならば6mJ/パルス以下の照射でも粒子を基材表面に固定することができるが、比較的高強度の光照射による活性化のプロセスを行わない場合には固定化は全く進行しない。固定用の光としては、比較的低強度のパルス光源に限らず、CWレーザーや紫外光が利用可能である。

E. パターン化；

固定用の光をクロム蒸着マスクなどを通して照射することにより、粒子が固定され、パターン化できる。コヒーレントなCWレーザーを用いれば粒子固定のパターン化に回折パターンジェネレーターを利用できるので、より簡便な固定部分のパターン化が可能である。粒子活性化に用いる高強度のパルスレーザーをそのまま固

イド溶液 1) 、 レーザー照射実験に用いた。

工程 2 ; 前記工程 1 で調製した D T A u 粒子を、 D T O . 9 m M へキサンジチオール (H D) 0 . 1 m M 含むシクロヘキサン溶液に分散し、 前記 D T A u 粒子表面の D T の一部を H D に置換した金ナノ粒子 (H D A u 、 2 7 ± 0 . 5 n m) を調製した。 チオール溶液中の H D A u は洗浄後、 シクロヘキサンに分散し (0 . 3 2 m g / m L) レーザー照射実験に用いた (コロイド溶液 2) 。

2 種類のコロイド溶液 (1, 2) の吸収スペクトルを測定し、 シクロヘキサンを徐々に加えることにより 5 3 2 n m での吸収ピークの吸光度が 0 . 5 になるように調製した。

金属微粒子固定基板の調製 ;

カバーガラス (Matsunami, 1 8 × 1 8 m m, 0 . 1 2 - 0 . 1 7 m m) を沸騰したアンモニア水 (2 8 %) / 過酸化水素水 (3 0 %) (1 : 1) 混合溶液に数分間浸漬し、 表面を親水処理した。

金属微粒子の固定 ;

前記基板をガラスセル (20 × 10 × 5 m m) 中の D T A u (コロイド溶液 1) または H D A u 溶液 (コロイド溶液 2) に浸漬し、 N d - Y A G レーザー (Continuum 社製、 Surelite I) の 2 倍波 (5 3 2 n m, 1 0 H z, 3 3 m J / パルス (pulse) を照射した [ 第 1 図 ; (a) は、 高強度光源 H L S からの高強度のパルス光 (H L S) 照射 (この場合は同じレーザーを用い、 強度を変えて使用している。) による溶液中粒子の活性化工程 (A S) 、 (b) は弱強度光源 L L S からの光をマスク (M S) を介してパターン化した弱強度のパルス光により固定化する工程 (F S) 、 前記各工程により (c) マイクロアレイ化した金属ナノ粒子固定パターン (M I) ] 。 基板上に固定され

## 請求の範囲

1. (補正後) 高エネルギーの電磁波および/または高エネルギー密度の電磁波の照射により脱離する分散安定剤で安定化した金属微粒子を、より低いエネルギーの電磁波および/またはより低いエネルギー密度の電磁波の照射により前記金属微粒子表面から脱離する分散剤および/または金属微粒子に対する結合性を有しない化合物を含有する溶液中に加え、前記分散安定剤の一部を前記分散剤および/または化合物で置換した金属微粒子のコロイド溶液を調製し、前記調製したコロイド溶液に前記高エネルギーの電磁波および/または高エネルギー密度の電磁波を照射することにより、金属微粒子表面の前記分散安定剤の一部を脱離させ、かつ前記分散安定剤で安定化した金属微粒子の粒径を元の粒径の2~100倍程度の凝集を起こさせる程に活性化され光感度を上げた金属微粒子分散液を生成させる前記高エネルギーの電磁波および/または高エネルギー密度の電磁波を照射する工程、前記活性化して光感度を上げた金属微粒子分散液に前記より低いエネルギーの電磁波および/またはより低いエネルギー密度の電磁波を照射して、基体表面に前記低いエネルギーの電磁波および/またはより低いエネルギー密度の電磁波の照射に対応する所望の微細構造に前記金属微粒子を固定する方法。
2. 金属微粒子の分散安定剤より低いエネルギーの電磁波の照射により前記金属微粒子表面から脱離する分散剤および/または金属微粒子に対する結合性を有しない化合物が溶媒親和性部分が小さいおよび/または前記電磁波を吸収して脱離を誘起する化合物である請求の範囲1に記載の基体表面に所望の微細